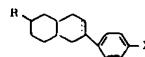


(54) PARTIALLY REDUCED NAPHTHALENE DERIVATIVE

(11) 59-141527 (A) (43) 14.8.1984 (19) JP

(21) Appl. No. 58-15248 (22) 1.2.1983

(71) CHISSO K.K. (72) SHIGERU SUGIMORI(3)

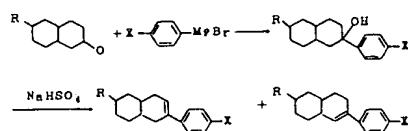
(51) Int. Cl³. C07C25/22, C07C43/192, C09K3/34/G02F1/13, G09F9/00

NEW MATERIAL: A 2-substituted-6-(4-halogenophenyl)octahydronaphthalene of the formula (R is H, 1~10C alkyl or alkoxy; X is F or Cl).

EXAMPLE: 2-Propyl-6-(4-fluorophenyl)-1,1a,2,3,4,4a,7,8-octahydronaphthalene.

USE: Useful as one component in liquid crystal compositions, having a relatively high clear point and small optical anisotropic value (Δn), capable of reducing the driving voltage of liquid crystals, and applicable to display cells.

PREPARATION: As shown in the reaction formulas, a 2-substituted-decalin-6-one is reacted with a 4-halogenophenylmagnesium bromide to give a 2-substituted-6-(4-halogenophenyl)decalin-6-ol, which is then dehydrated in the presence of potassium hydrogensulfate as a catalyst to afford the aimed compound of the formula.



(54) METHOD FOR CONCENTRATING AQUEOUS SOLUTION OF ETHANOL

(11) 59-141528 (A) (43) 14.8.1984 (19) JP

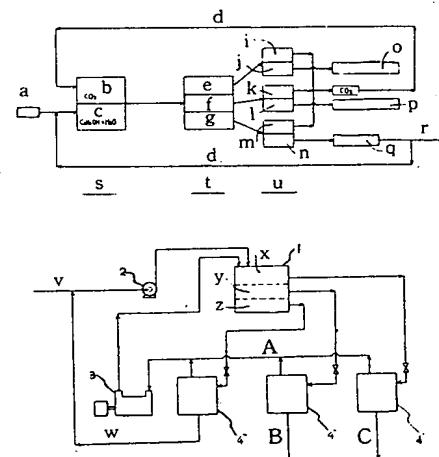
(21) Appl. No. 58-14499 (22) 2.2.1983

(71) MITSUBISHI KAKOUKI K.K. (72) SHIYOUZABUROU SAITOU(2)

(51) Int. Cl³. C07C31/08, C07C29/76

PURPOSE: To concentrate an aqueous solution of ethanol in a low concentration advantageously in respects of heat economy in a high degree even by one-stage extraction, by separating the aqueous solution of ethanol into three phases of vapor phase, light liquid phase and heavy liquid phase with gaseous carbon dioxide under a high pressure in a supercritical state or pseudocritical state as an extracting agent.

CONSTITUTION: Gaseous carbon dioxide under a high pressure in a supercritical state or pseudocritical state is dissolved in an aqueous solution of ethanol in an extraction tank 1 to develop three phases of vapor phase, light liquid phase and heavy liquid phase in the above-mentioned extraction tank 1, and the respective phases are then taken out of the extraction tank 1 and separated into flash tanks 4', 4'' and 4''''. The phases are then separated into the gaseous carbon dioxide and aqueous solution of ethanol, and the aimed aqueous solution of ethanol in a high concentration is obtained advantageously from the system of an aqueous solution of ethanol in a low concentration obtained by the fermentation method, etc. This method has the following advantages; The extracting agent is easily handled and separated from the aimed substance without requiring a large quantity of heat of good quality as in the distillation method, and the pressure is adjusted more easily and the concentration degree is higher than in the conventional liquid-liquid extraction method.



A: recycled gaseous carbon dioxide. B.C: concentrated aqueous ethanol. a: charging solution. b.i.k.m.x: vapor phase. c.j.l.n: liquid phase. d: circulation. e: vapor phase. f.y: light liquid phase. g.z: heavy liquid phase. o.p: concentrated aqueous solution of C_2H_5O . q: solution rich in H_2O . r: discarding. s: under low pressure. t: under high pressure. u: under reduced pressure. v: raw material aqueous ethanol. w: recycled aqueous ethanol

(54) PRODUCTION OF RESORCIN

(11) 59-141530 (A) (43) 14.8.1984 (19) JP

(21) Appl. No. 58-15400 (22) 3.2.1983

(71) MITSUI SEKIYU KAGAKU KOGYO K.K. (72) HIROAKI NAKAGAWA(2)

(51) Int. Cl³. C07C39/08, C07C37/08//B01J27/18

PURPOSE: To obtain resorcin in high yield, by decomposing m-diisopropylbenzene dihydroperoxide, obtained by oxidizing m-diisopropylbenzene, and containing an oxidation by-product with an acid in the presence of a heteropolyacid as a catalyst under specific conditions.

CONSTITUTION: m-Diisopropylbenzene dihydroperoxide, obtained by oxidizing m-diisopropylbenzene, and containing an oxidation by-product, e.g. m-(2-hydroxy-2-propyl)- α,α -dimethylbenzyl hydroperoxide, is decomposed with an acid in the presence of a heteropolyacid, particularly molybdophosphoric acid, molybdisilicic acid, tungstophosphoric acid or tungstosilicic acid as an acid decomposition catalyst at 40~110°C, preferably about 50~100°C under refluxing conditions until the acid decomposition ratio becomes 92~99.5 equivalent %, preferably about 94~99 equivalent % to give the aimed resorcin in high yield.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭57-54130

⑫ Int. Cl.³
C 07 C 13/47
43/18
43/188
49/323
49/35
49/792
49/84
61/13
61/15

識別記号

序内整理番号
7248-4H
7419-4H
7419-4H
7824-4H
7824-4H
7824-4H
7824-4H
7188-4H
7188-4H *

⑬ 公開 昭和57年(1982)3月31日
発明の数 5
審査請求 未請求

(全 32 頁)

⑭ 水素化されたナフタレン類

⑮ 特 願 昭56-127672

⑯ 出 願 昭56(1981)8月14日

優先権主張 ⑰ 1980年8月14日 ⑯ スイス(C)
H) ⑯ 6130/80-4

⑰ 発明者 アルトウール・ボラー
スイス国4102ビニンゲン・ベン

ケンシュトラーセ65

⑱ 出願人 エフ・ホフマン-ラ・ロシユ・
ウント・コンパニー・アクチエ
ングゼルシャフト
スイス国バーゼル・グレンツア
ーヘルストラッセ124-184
⑲ 代理人 弁理士 小田島平吉
最終頁に続く

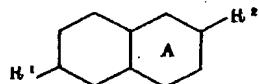
明細書

1. 発明の名称

水素化されたナフタレン類

2. 特許請求の範囲

1. 一般式



式中、環Aは飽和されているかまたは芳香環であり、存在し得る飽和環Aは第二の環とトランス結合しており；R¹は炭素原子1～11個を含む直鎖状のアルキルまたはアルコキシ基を表わし；R²はシアノ、炭素原子1～11個を含む直鎖状のアルキル基、一般式



のエステル基を表わすかまたは、環Aが飽和されている場合には、さらに炭素原子1～11個を有する直鎖状のアルコキシ基を表わし；式IIのエステル基において、環Bは芳香環であり且つXは酸素または硫黄を表わしそしてR³はシアノまたは炭素原子1～10個を含む直鎖状のアルキルもしくはアルコキシ基を表わすか、或いは環Bはトランス-1,4一二重換されたシクロヘキサン環を表わし且つXは酸素を表わしそしてR³はシアノまたは炭素原子1～10個を含む直鎖状のアルキル基を表わし；そしてアルキル及び/またはアルコキシ基における炭素原子の総数は多くとも12個である。

の化合物。

2.. 環Aが飽和されている特許請求の範囲第

を表わす特許請求の範囲第7項記載の化合物。

1項記載の化合物。

3. R^1 が式IIのエステル基を表わす特許請求の範囲第1項または2項記載の化合物。

4. 式IIのエステル基における環Bが芳香環である特許請求の範囲第3項記載の化合物。

5. 式IIのエステル基におけるXが酸素を表わす特許請求の範囲第3項または第4項記載の化合物。

6. 式IIのエステル基における R^2 がシアノまたは直鎖状のアルキル基、好ましくはシアノを表わす特許請求の範囲第3～5項のいずれかに記載の化合物。

7. R^2 がシアノ、直鎖状のアルキル基または、環Aが飽和されている場合には、さらに直鎖状のアルコキシ基を表わす特許請求の範囲第1項または第2項記載の化合物。

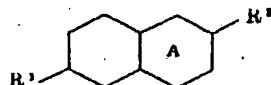
8. R^2 がシアノまたは直鎖状のアルキル基

9. R^1 が直鎖状のアルキル基を表わす特許請求の範囲第1～9項のいずれかに記載の化合物。

10. 液晶混合物における成分としての特許請求の範囲第1項記載の式Iの化合物。

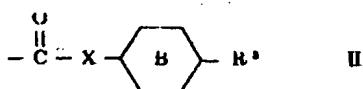
11. 少なくとも2種の成分を含有し、そのうちの少なくとも1成分が特許請求の範囲第1項記載の式Iの化合物である液晶混合物。

12. 一般式



式中、環Aは飽和されているかまたは芳香環であり、存在し得る飽和環Aは第二の環とトランス結合しており； R^1 は炭素原子1～11個を含む直鎖状のアルキルまたはアルコキシ基を表わし； R^2 はシアノ、炭

素原子1～11個を含む直鎖状のアルキル基、一般式

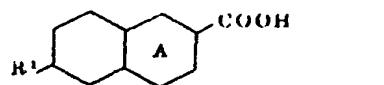


のエステル基を表わすかまたは、環Aが飽和されている場合には、さらに炭素原子1～11個を有する直鎖状のアルコキシ基を表わし；式IIのエステル基において、環Bは芳香環であり且つXは酸素または硫黄を含む直鎖状のアルキルもしくはアルコキシ基を表わすか、或いは環Bはトランス-1,4-二置換されたシクロヘキサン環を表わし且つXは酸素を表わして； R^2 はシアノまたは炭素原子1～10個を含む直鎖状のアルキルを表わし；そ

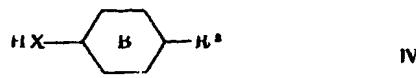
してアルキル及び/またはアルコキシ基における炭素原子の総数は多くとも12個である。

の化合物を製造するにあたり、

(a) R^1 が式IIのエステル基を表わす式Iの化合物を製造するために、一般式



式中、 R^1 及びAは上記の意味を有する、の化合物またはその反応性物質を一般式



式中、X、B及び R^2 は上記の意味を有する。

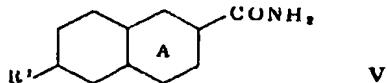
の化合物またはその適当な塩でエステル化するか、

(b) R^2 がシアノを表わす式Iの化合物を製造するために、一般式

特開昭57-54130(3)

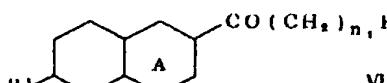
アルキル基を表わす式Iの化合物を製造するため

IV、一般式



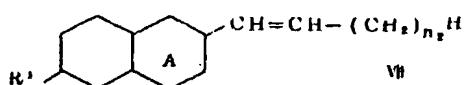
式中、R'及びAは上記の意味を有する、の化合物を脱水するか、

(c) R'が炭素原子1～11個を含む直鎖状のアルキル基を表わす式Iの化合物を製造するため IV、一般式



式中、n1は0～10の整数を表わし、そしてR'及びAは上記の意味を有する、の化合物を塩基の存在下においてヒドラジンと反応させるか、

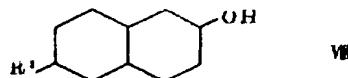
(d) R'が炭素原子2～11個を含む直鎖状の



式中、n2は0～9の整数を表わし、そしてR'及びAは上記の意味を有する、

の化合物を接触水素酸加するか、或いは

(e) 塩Aが飽和され、そしてR'が直鎖状のアルコキシ基を表わす式Iの化合物を製造するため IV、一般式

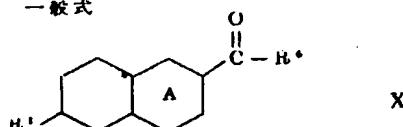


式中、R'は上記の意味を有する、の化合物をエーテル化することを特徴とする前記一般式Iの化合物の製造方

法。

13. 電子光学(electro-optical)目的のための特許請求の範囲第1項記載の化合物の使用。

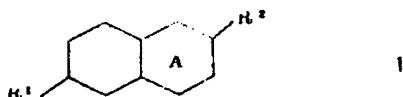
14. 一般式



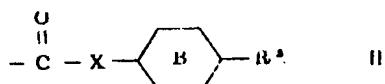
式中、環Aは飽和されているかまたは芳香環であり、存在し得る飽和環Aは第二の環とトランス結合しており、R'は炭素原子1～11個を含む直鎖状のアルキルまたはアルコキシ基を表わし、そしてR'はシアノ、炭素原子1～11個を含む直鎖状のアルキル基、一般式

3 発明の詳細な説明

本発明は一般式



式中、環Aは飽和されているかまたは芳香環であり、存在し得る飽和環Aは第二の環とトランス結合しており；R'は炭素原子1～11個を含む直鎖状のアルキルまたはアルコキシ基を表わし；R'はシアノ、炭素原子1～11個を含む直鎖状のアルキル基、一般式



のエステル基を表わすかまたは、環Aが飽和されている場合には、さらに炭素原子1

の化合物、

～1個を有する直鎖状のアルコキシ基を表わし；式Ⅱのエステル基において、環Rは芳香環であり且つXは酸素または硫黄を表わしそしてR¹はシアノまたは炭素原子1～10個を含む直鎖状のアルキルもしくはアルコキシ基を表わすか、或いは環Rはトランスー1,4一二置換されたシクロヘキサン環を表わし且つXは酸素を表わし、そしてR¹はシアノまたは炭素原子1～10個を含む直鎖状のアルキル基を表わし；そしてアルキル及び/またはアルコキシ基における炭素原子の総数は多くとも12個である。

の新規な水素添加されたナフタレンに関する。

また、本発明は式Ⅰの化合物の製造方法、該化合物を含む液晶混合物並びに電子光学装置におけるその使用に関する。

本発明の範囲内において、「直鎖状のアルキル基」なる表現は、示した炭素原子の数に応じて、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ベンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル及びウンデシルを表わし、そして「直鎖状のアルコキシ基」なる表現は、該アルキルに対応して、メトキシ、エトキシ、ブロピルオキシ、ブチルオキシ、ベンチルオキシ、ヘキシルオキシ、ヘプチルオキシ、オクチルオキシ、ノニルオキシ、デシルオキシ及びウンデシルオキシを表わす。

本発明によつて提供される化合物は液晶混合物における成分として特に価値あるものである。R¹が式Ⅱのエステル基を表わす式Ⅰの化合物はそのもの自体が高度の液性である。式Ⅰの他の化合物、即ちR¹がシアノまたは直鎖状のアルキルもしくはアルコキシ基を表わす化合物はなかでも液晶混合物におけるドーピング(doping)剤とし

て適している。

シアノ基を含む式Ⅰの化合物は誘電率の高さの正の異方性($\epsilon_{\perp} > \epsilon_{\parallel}$ 、但し ϵ_{\perp} は分子の継軸に沿つた誘電率を表わし、 ϵ_{\parallel} はそれに垂直な誘電率を表わす)を示す。一方、R¹またはR²がアルキル基を表わす式Ⅰの化合物は誘電率の小さな異方性のみを有している。

電場において、誘電率の正の異方性を有する液晶化合物及び混合物はそれ自体、電場の方向と平行にその最も大きい誘電率の方向で配向する。この効果はなかでも、ジエー・エツチ・ハイルマイアード(J. H. Heilmeyer)及びエル・エー・ザノニ(L. A. Zanoni)[*Applied Physics Letters* 13, 91 (1968)]により報告されている複合分子(embedded molecules)及び液晶分子間の相互作用[ゲスト-ホスト(guest-host)相互作用]に用いられる。誘電場配向の

更に重要な应用は、エム・シャット(M. Schadt)及びダブリュー・ヘルフリッヒ(W. Helfrich)[*Applied Physics Letters* 18, 127 (1971)]によつて発見された回転セル(rotation cell)並びに*Molecular Crystals and Liquid Crystals* 17, 355 (1972)に記載されたケル・セル(Kerr-cell)である。

上記の電子光学回転セルは本質的に透明な電極を有するコンデンサーであり、その誘電率は $\epsilon_{\perp} > \epsilon_{\parallel}$ であるネマティク(nematic)結晶から生じる。液晶の分子の継軸は電場のない状態ではコンデンサー・プレート間にねじれた状態で配列され、このねじれ構造(twisting structure)は分子の与えられた壁配向(wall orientation)によつて決定される。コンデンサー・プレートに電位を与えた際、分子はそれ自体が電場の

特開昭57-54130(6)

を (smectic) 構造を有し、そして本化合物は表示装置において高解像度のコントラストを示す。

R^1 がシアル、アルキルまたはアルコキシを表わす式【I】の化合物はすぐれた化学的安定性及び低粘度を有している。従つて、それらは粘度、従つてまた液晶混合物の電子光学操作時間を改善する際に特に適している。更に、これらの化合物が高沸点（従来普通のドーピング剤と比較して）であることはあらかじめ決められた比において混合物の正確な製造を容易にする。その理由はこの場合に蒸発を極めて低レベルに保持し得るためである。

本発明における化合物は無色であり、そして高濃度のUV安定性を示す。その理由は本化合物が短波長を吸収し、そして更に小さな消光 (extinction) をもつためである。光学的異方性は分子構造に従つて異なる；一般に異方性は分子の不飽和部分が多くなればなるほど大きくなる。従つて、本

方向においてその軸に直角（即ちプレートの面に垂直）、これによつて偏光はもはや誘電体において回転しない（液晶はプレートの面に対して単軸垂直になる）。この効果は可逆的であり、そしてコンデンサーの光学的透過率を電気的に調節するためによることができる。

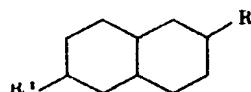
本発明によつて提供される化合物は、置換基の性質に応じて、誘電率の異なる異方性を示すために、加えて本化合物は使用する電子光学セルの混合物の閾値電位 (threshold potential) を調節するために用いることができる。

また、 R^1 が式【II】のエステル基を表わす式【II】の化合物は、特に同様な低融点を有する公知のエステルと比較して、殊に大きなネマティック・メソファイズ (nematic mesophase) 範囲を示すことがわかつた。更に、本化合物は良好な化学的安定性、低粘度、容易な配向性及びヤヤスメティク

発明によつて提供される化合物の適当な選択により、混合物の光学的異方性を変えることができる、即ち、そのコントラストを与えたされたセルにおいて改善にことができる。

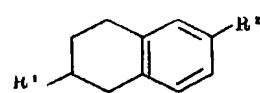
更に、本発明によつて提供される化合物は全て公知の液晶と良好な混和性を有している。

本発明によつて提供される式【I】の化合物は一般式



I A

のトランス-ステカリンまたは一般式



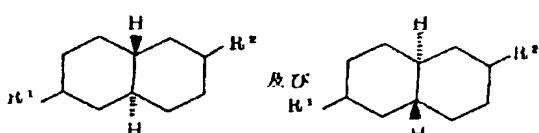
I B

式中、 R^1 及び R^2 は上記の意味を有する、のテトラリン (1, 2, 3, 4-テトラヒドロナ

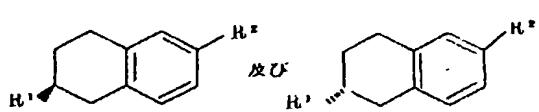
フタレン) である。

本発明によつて提供される化合物は少なくとも1つのキラール (chiral) 中心を含み、従つて光学活性またはラセミ体混合物として存在し得る。

特記せぬ限り、以下に式【I】と称する化合物は一般にラセミ体として示す、即ち式



の化合物からなるラセミ体としての式【A】の化合物並びに式



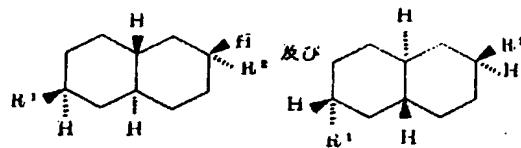
の化合物からなるラセミ体としての式【B】の化合物

物である。

記号(►)は置換基に対応する結合が上を指していること(図面の面の上; ♪一位側)、そして記号(▼)は置換基に対応する結合が下を指していること(図面の面の下; ♪一位側)を表わす。

本発明の範囲内において、また式I、IA及びIBに代入される同族体を残りのデカリン類及びテトラリン類に対して用いることができる。

本発明に従つて製造される種々な化合物の¹H-NMRスペクトルを基準にして、式IAの化合物における置換基R¹は赤道鍵の位置にあることが仮定される。置換基R¹の位置は明らかにすることはできない。しかしながら、成デカリンエスチルの明らかな液晶特性に基づき、置換基R¹は赤道鍵の位置にあることが推定される。この推定が正しいならば、式IAの化合物は式



式中、R¹及びH¹は上記の意味を有する、の化合物からなるラセミ体であろう。しかしながら、R¹及びH¹が同一の意味を有する化合物は例外であり、その理由はこの場合に上記式の双方が同一であり、そして光学的不活性形に対応するからである。

式Iに含まれる化合物の中で、ラセミ化合物が好ましい。

更に、式IA及びIBの化合物の中で、式IAの化合物が好ましい。更に、式Iの化合物の中で、H²が式IIのエスチル基を表わす化合物が好ましい。式IIの好ましいエスチル基は環上が芳香族で

あるもの、そしてXが酸素であるものであり、好ましい基R¹はシアノ基及びアルキル基、特にシアノ基である。従つて特に好ましい液晶成分はトランス-デカリン-2-カルボン酸フェニルエスチル、特にトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチルである。好ましいドーピング剤は、H²がシアノ基またはアルキル基、特にシアノ基を表わす式Iの化合物である。式Iの化合物において、H¹によつて表わされる好ましい基はアルキル基である。H¹またはH²によつて表わされる好ましいアルキル及びアルコキシ基は炭素原子1～8個を含むもの、特に炭素原子3～7個を含むものである。式IIのエスチル基においてH²で表わされるアルキル及びアルコキシ基の中で、炭素原子1～7個、特に炭素原子1～5個を含むものが好ましい。

次のものは式Iの化合物の好ましい例である：

6-メチルトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチル、

6-エチルトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチル、

6-ブロビルトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチル、

6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチル、

6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチル、

6-ヘキシルトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチル、

6-ヘプチルトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチル、

6-オクチルトランス-デカリン-2-カルボン酸p-シアノフェニルエスチル、

6-メチルトランス-デカリン-2-カルボ

料號碼57-54130(7)

シ酸 p-ブチルフェニルエステル、
6-エチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-エチルフェニルエステル、
6-プロピルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-メチルフェニルエステル、
6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-メチルフェニルエステル、
6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-メチルフェニルエステル、
6-ヘキシルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-メチルフェニルエステル、
6-ヘプチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-メチルフェニルエステル、
6-プロピルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-エチルフェニルエステル、
6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-エチルフェニルエステル、

6-ベンツルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-エチルフェニルエステル、
6-ヘキシルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-エチルフェニルエス테ル、
6-ヘプチルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-エチルフェニルエスティル、
6-ブロビルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-ブロビルフェニルエスティル、
6-ブチルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-ブロビルフェニルエスティル、
6-ベンツルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-ブロビルフェニルエスティル、
6-ヘキシルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-ブロビルフェニルエスティル、
6-ヘプチルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-ブロビルフェニルエスティル、
6-ブロビルートラヌードカリニン-2-カルボン酸 p-ブロビルフェニルエスティル、

6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-ブチルフェニルエステル、
6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-ブチルフェニルエステル、
6-ヘキシルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-ブチルフェニルエステル、
6-ヘプチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-ブチルフェニルエステル、
6-プロピルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-ベンチルフェニルエステル、
6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-ベンチルフェニルエステル、
6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-ベンチルフェニルエステル、
6-ヘキシルトランス-デカリン-2-カルボン酸 p-ベンチルフェニルエステル、

ポン酸ローブロビルオキシフェニルエステル、
6-ヘプチルトランス-デカリン-2-カル
ポン酸ローブロビルオキシフェニルエステル、
6-プロビルトランス-デカリン-2-カル
ポン酸p-ベンチルオキシフェニルエステル、
6-ベンチルトランス-デカリン-2-カル
ポン酸p-ベンチルオキシフェニルエステル、
6-メトキシートランス-デカリン-2-カル
ポン酸p-シアノフェニルエステル、
6-エトキシートランス-デカリン-2-カル
ポン酸ローチアノフェニルエステル、
6-プロビルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-シアノフェニルエステル、
6-ブチルオキシートランス-デカリン-2-
カルポン酸p-シアノフェニルエステル、
6-ベンチルオキシートランス-デカリン-2-
カルポン酸p-シアノフェニルエステル、

6-ヘキシルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-シアノフェニルエステル、
6-ヘプチルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-シアノフェニルエステル、
6-オクチルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-シアノフェニルエステル、
6-プロビルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-メチルフェニルエステル、
6-ベンチルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-メチルフェニルエステル、
6-ブチルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-メチルフェニルエステル、
6-プロビルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-ブロビルフェニルエステル、
6-ベンチルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-ブロビルフェニルエステル、
6-ヘプチルオキシートランス-デカリン-2-カル

カルポン酸p-ブロビルフェニルエステル、
6-プロビルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-ベンチルフェニルエステル、
6-ベンチルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-ベンチルフェニルエステル、
6-ヘプチルオキシートランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-ベンチルフェニルチオエステル、
6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボ
ン酸p-シアノフェニルチオエステル、
6-ベンチルトランス-デカリン-2-カル
ポン酸p-シアノフェニルチオエステル、
6-ヘキシルトランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-シアノフェニルチオエステル、
6-ヘプチルトランス-デカリン-2-カル
カルポン酸p-シアノフェニルチオエステル、

6-プロビルトランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-シアノ-1-シクロヘキシ
ルエステル、
6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボ
ン酸トランス-4-シアノ-1-シクロヘキシ
ルエステル、
6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボ
ン酸トランス-4-シアノ-1-シクロヘキシ
ルエステル、
6-ヘキシルトランス-デカリン-2-カルボ
ン酸トランス-4-シアノ-1-シクロヘキシ
ルエステル、
6-ヘプチルトランス-デカリン-2-カルボ
ン酸トランス-4-シアノ-1-シクロヘキシ
ルエステル、
6-ブロビルトランス-デカリン-2-カルボ
ン酸トランス-4-メチル-1-シクロヘキシ

特開昭57-54130(日)

ルエステル、
6-ベンチルートランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-メチル-1-シクロヘキシ
ルエステル、
6-ヘプチルートランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-メチル-1-シクロヘキシ
ルエステル、
6-ブロビルートランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-ブロビル-1-シクロヘキ
シルエステル、
6-ベンチルートランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-ブロビル-1-シクロヘキ
シルエステル、
6-ヘプチルートランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-ブロビル-1-シクロヘキ
シルエステル、
6-ブロビルートランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-ブロビル-1-シクロヘキ
シルエステル、

6-ヘプチルートランス-デカリン-2-カル
ボニトリル、
6-ベンチルオキシートランス-デカリン-2
-カルボニトリル、
2-エチル-6-ブロビルートランス-デカリ
ン、
2-エチル-6-ベンチルートランス-デカリ
ン、
2-エチル-6-ヘプチルートランス-デカリ
ン、
2, 6-ジブロビルートランス-デカリン、
2-ブチル-6-ブロビルートランス-デカリ
ン、
2-ベンチル-6-ブロビルートランス-デカリ
ン、
2-ベンチル-6-ブチルートランス-デカリ
ン、

ポン酸トランス-4-ベンチル-1-シクロヘキ
シルエステル、
6-ブチルートランス-デカリン-2-カルボ
ン酸トランス-4-ベンチル-1-シクロヘキシ
ルエステル、
6-ベンチルートランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-ベンチル-1-シクロヘキ
シルエステル、
6-ヘプチルートランス-デカリン-2-カル
ポン酸トランス-4-ベンチル-1-シクロヘキ
シルエステル、
6-エチルートランス-デカリン-2-カルボ
ニトリル、
6-ブロビルートランス-デカリン-2-カル
ボニトリル、
6-ベンチルートランス-デカリン-2-カル
ボニトリル、

2, 6-ジベンチルートランス-デカリン、
2-ヘキシル-6-ブロビルートランス-デカ
リン、
2-ヘキシル-6-ベンチルートランス-デカ
リン、
2-ヘプチル-6-ブロビルートランス-デカ
リン、
2-ヘプチル-6-ブチルートランス-デカリ
ン、
2-ブロビルオキシ-6-ブロビルートラン
ス-デカリン、
2-ブロビルオキシ-6-ベンチルートランス
-デカリン、
2-ブロビルオキシ-6-ヘプチルートランス
-デカリン、

2-ベンチルオキシ-6-ブロビルトランス
-デカリニン、
2-ベンチルオキシ-6-ベンチルトランス
-デカリニン、
2-ベンチルオキシ-6-ヘプチルトラシス
-デカリシ、
2-ヘプチルオキシ-6-ブロビルトランス
-デカリニン、
p-シアノフェニル2-メチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-シアノフェニル2-エチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-シアノフェニル-2-ブロビル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-シアノフェニル2-ブチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-シアノフェニル2-ベンチル-1,2,3,

4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-シアノフェニル2-ヘキシル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-シアノフェニル2-ヘプチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-シアノフェニル2-オクチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-メチルフェニル2-ブロビル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-メチルフェニル2-ベンチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-メチルフェニル2-ヘプチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ブロビルフェニル2-ブロビル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ブロビルフェニル2-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ブロビルフェニル2-ベンチルオキシ-
1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエー
ト、
p-ベンチルフェニル2-ベンチルオキシ-
1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエー
ト、
p-メトキシフェニル2-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-エトキシフェニル2-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ブロビルオキシフェニル2-ベンチル-
1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエー
ト、
p-エトキシフェニル2-ヘプチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
8-(p-シアノフェニル)2-ブロビル-

p-ブロビルフェニル2-ヘプチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ブチルフェニル2-ベンチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ベンチルフェニル2-ブロビル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ベンチルフェニル-2-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ベンチルフェニル2-ヘプチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ベンチルフェニル2-オクチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-メチルフェニル2-ブロビル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-メチルフェニル2-ベンチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-メチルフェニル2-ヘプチル-1,2,3,
4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ブロビルフェニル2-ブロビル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ブロビルフェニル2-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-メトキシフェニル2-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-エトキシフェニル2-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
p-ブロビルオキシフェニル2-ベンチル-
1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエー
ト、
p-エトキシフェニル2-ヘプチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート、
8-(p-シアノフェニル)2-ブロビル-

特開昭57-54130 (11)

1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - オ - 6 - ナフ
トエート、

8 - (p - シアノフェニル) 2 - ブチル - 1 ,
2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - オ - 6 - ナフトエ
ート、

8 - (p - シアノフェニル) 2 - ベンチル -
1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - オ - 6 - ナフ
トエート、

8 - (p - シアノフェニル) 2 - ヘキシル -
1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - オ - 6 - ナフ
トエート、

8 - (p - シアノフェニル) 2 - ヘプチル -
1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - オ - 6 - ナフ
トエート、

8 - (p - エトキシフェニル) 2 - ベンチル -
1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - オ - 6 - ナフ
トエート、

6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - メチル - 1 - シクロヘキシル)
2 - ベンチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -

6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - メチル - 1 - シクロヘキシル)
2 - ヘプチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -
6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - ブロビル - 1 - シクロヘキシ
ル) 2 - ブロビル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒド
ロ - 6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - ブロビル - 1 - シクロヘキシ
ル) 2 - ベンチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒド
ロ - 6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - ブロビル - 1 - シクロヘキシ
ル) 2 - ヘプチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒド
ロ - 6 - ナフトエート、

2 - ブロビル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -

(トランス - 4 - シアノ - 1 - シクロヘキシル)

2 - ブロビル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -
6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - シアノ - 1 - シクロヘキシル)
2 - ブチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - 6
- ナフトエート、

(トランス - 4 - シアノ - 1 - シクロヘキシル)
2 - ベンチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -
6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - シアノ - 1 - シクロヘキシル)
2 - ヘキシル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -
6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - シアノ - 1 - シクロヘキシル)
2 - ヘプチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -
6 - ナフトエート、

(トランス - 4 - メチル - 1 - シクロヘキシル)
2 - ブロビル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -

- 6 - ナフトニトリル、

2 - ベンチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -
6 - ナフトニトリル、

2 - ヘプチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ -
6 - ナフトニトリル、

2 - ベンチルオキシ - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラ
ヒドロ - 6 - ナフトニトリル、

2 , 6 - ジブロビル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラ
ヒドロ - 6 - ナフタレン、

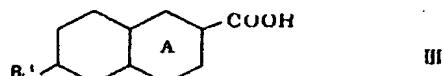
2 - ブロビル - 6 - ベンチル - 1 , 2 , 3 , 4
- テトラヒドロ - 6 - ナフタレン、

2 - ブロビル - 6 - ヘプチル - 1 , 2 , 3 , 4
- テトラヒドロ - 6 - ナフタレン、

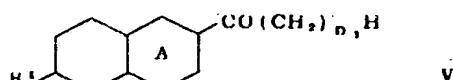
2 , 6 - ジベンチル - 1 , 2 , 3 , 4 - テトラ
ヒドロ - 6 - ナフタレン、

2-ベンチル-6-ヘプチル-1,2,3,4
-テトラヒドロ-6-ナフタレン、
2-ヘプチル-6-プロピル-1,2,3,4
-テトラヒドロ-6-ナフタレン、
2-ヘプチル-6-ベンチル-1,2,3,4
-テトラヒドロ-6-ナフタレン、
2-プロピルオキシ-6-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフタレン、
2-ベンチルオキシ-6-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフタレン。

式Iの化合物は、本発明に従えば
(a) R¹ が式IIのエステル基を表わす式Iの化
合物を製造するためには、一般式

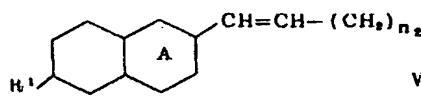


式中、R¹ 及びAは上記の意味を有する。



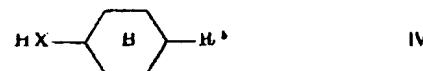
式中、n₁ は0～10の整数を表わし、そ
してR¹ 及びAは上記の意味を有する、
の化合物を塩基の存在下においてヒドラジンと反
応させるか。

(d) R¹ が炭素原子2～11個を含む直鎖状の
アルキル基を表わす式Iの化合物を製造するため
には、一般式



式中、n₂ は0～9の整数を表わし、そ
してR¹ 及びAは上記の意味を有する、
の化合物を接触水素添加するか、成いは

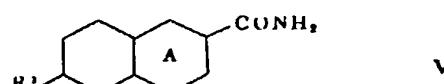
の化合物またはその反応性誘導体を一般式



式中、X、B及びR¹ は上記の意味を有す
る、

の化合物またはその適当な塩でエステル化するか、

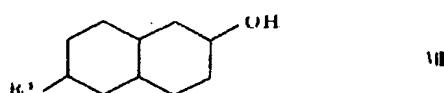
(b) R¹ がシアノを表わす式Iの化合物を製造
するためには、一般式



式中、R¹ 及びAは上記の意味を有する、
の化合物を脱水するか、

(c) R¹ が炭素原子1～11個を含む直鎖状の
アルキル基を表わす式Iの化合物を製造するため
には、一般式

(e) 置換Aが飽和され、そしてR¹ が直鎖状のア
ルコキシ基を表わす式Iの化合物を製造するため
には、一般式



式中、R¹ は上記の意味を有する、
の化合物をエーテル化する
ことによつて製造することができる。

式IVの化合物またはその反応性誘導体、例えば
無水物または酸ハライドの式IVの化合物またはそ
の適当な塩、例えばナトリウム塩によるエステル
化はそれ自体公知の方法において行うことができ
る。式IVの置換と式VIIIの化合物との反応は不活性有
機酸塩の存在下においてまたは感應なしに、酰胺
の酸例えば硫酸またはハログン化水素酸の存在
下において有利に行われる。しかしながらまた、

この反応をN,N'-ジシクロヘキシルカルボジイミド及びマー（ジメチルアミノ）ビリジンの存在下において行うことができる。しかしながら、好ましい方法は式IIIの化合物の環塩化物（反応式3における式IX）を式IVの化合物と反応させることからなる、この反応は不活性有機溶媒、例えばエーテル例えばジエチルエーテルまたはテトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、ベンゼン、トルエン、シクロヘキサン、四塩化炭素等中にて有利に行われる。反応中に遊離する塩化水素を結合させるために、酸結合剤例えば第三級アミン、ビリジン等を用いることが有利である。好ましくは同時に触媒としての脱水剤を果し得るように大過剰量の酸結合剤を用いる。触媒及び大力は臨界的ではなく、一般にこの反応は大気圧並びに室温乃至反応混合物の沸点間の温度で行われる。

式Vの化合物の脱水は適当な脱水剤、例えばオ

キシ塩化リン、五塩化リン、塩化チオニル、酢酸無水物または特にベンセンスルホニルクロライド等を用いて行うことができる。この脱水は不活性有機溶媒例えば炭化水素またはハログン化された炭化水素中にて、必要に応じて塩基例えば酢酸ナトリウム、ビリジンまたはトリエチルアミンの存在下において行うことができる。しかしながらまた、この反応は有機溶媒を用いずに行うこともできる。この反応は好ましくは約50℃乃至反応混合物の還流温度間の温度で行われる。圧力は臨界的ではなく、この反応は大気圧下で有利に行われる。

塩基例えば水酸化カリウム、ナトリウムエチレート、カリウムエチレート等の存在下における式VIの化合物とヒドラジンとの反応は、不活性有機溶媒例えばジメチルスルホキシドまたはアルコール例えばエタノール、ジエチレングリコールもし

くはトリエチレングリコール等中にて有利に行われる。一般に生じるヒドラジンは昇温下、例えば約200℃でのみ分解される。しかしながら溶媒としてジメチルスルホキシドを用いた場合、この分解は度々室温ですでに生じる。分解温度が反応混合物の沸点以上である場合には、昇温下で操作する必要がある。好ましい方法はハングーミンロン(Huang-Minlon)法に従つて反応を行うことからなる、即ち、式VIのケトンを水混和性の高沸点溶媒例えばジエチレングリコールまたはトリエチレングリコール中にて、ヒドラジン水和物及び水酸化カリウムと共に還流下で加熱し、次いでヒドラジンが分解するまで水を留去し、そして還元が終了するまで混合物を還流下で沸騰させることからなる。

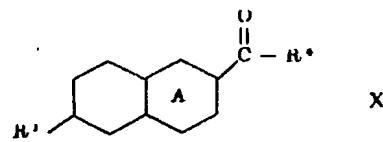
少時¹の化合物の接触水素添加は普通の水素添加触媒例えばパラジウム、白金、ラネニンケル等

を必要に応じて不活性担体物質に担持させて用いて行うことができる。パラジウム及び白金が好ましい触媒である。用いる触媒は不活性有機溶媒例えば酢酸アルコール、エーテル、エスチル、カルボン酸等；例えばエタノール、ジオキサン、酢酸エチルまたは冰酢酸であることができる。有利にはこの触媒的水素添加を塩基例えばトリエチルアミンまたはマー（ジメチルアミノ）ビリジンの添加によつて行う。接触水素添加を行つ際の温度及び圧力は臨界的ではない。有利にはこの接触水素添加を室温乃至混合物の沸点間の温度及び約1～約5気圧の圧力下で行う。

式Vの化合物をエーテル化するために、対応するアルコレート（例えばナトリウムアルコレート）を対応するアルキルハライド、好ましくは臭化アルキルまたはヨウ化アルキルと反応させることができるもの。アルコレートはそれ自体公知の方法

において、例えばアルコールをアルカリ金属またはアルカリ金属水素化物と反応させて得ることができます。このエーテル化は有利には不活性有機溶媒例えば炭化水素またはエーテル中で行われる。好ましい具体化例は式IVのアルコールを必要に応じてヨウ化ナトリウムの存在下においてモノグリム中で水素化ナトリウム及び臭化アルキルまたはヨウ化アルキルと反応させることからなる。温度及び圧力は端的ではない。しかしながら、この反応は好ましくは大気圧及び室温で行われる。

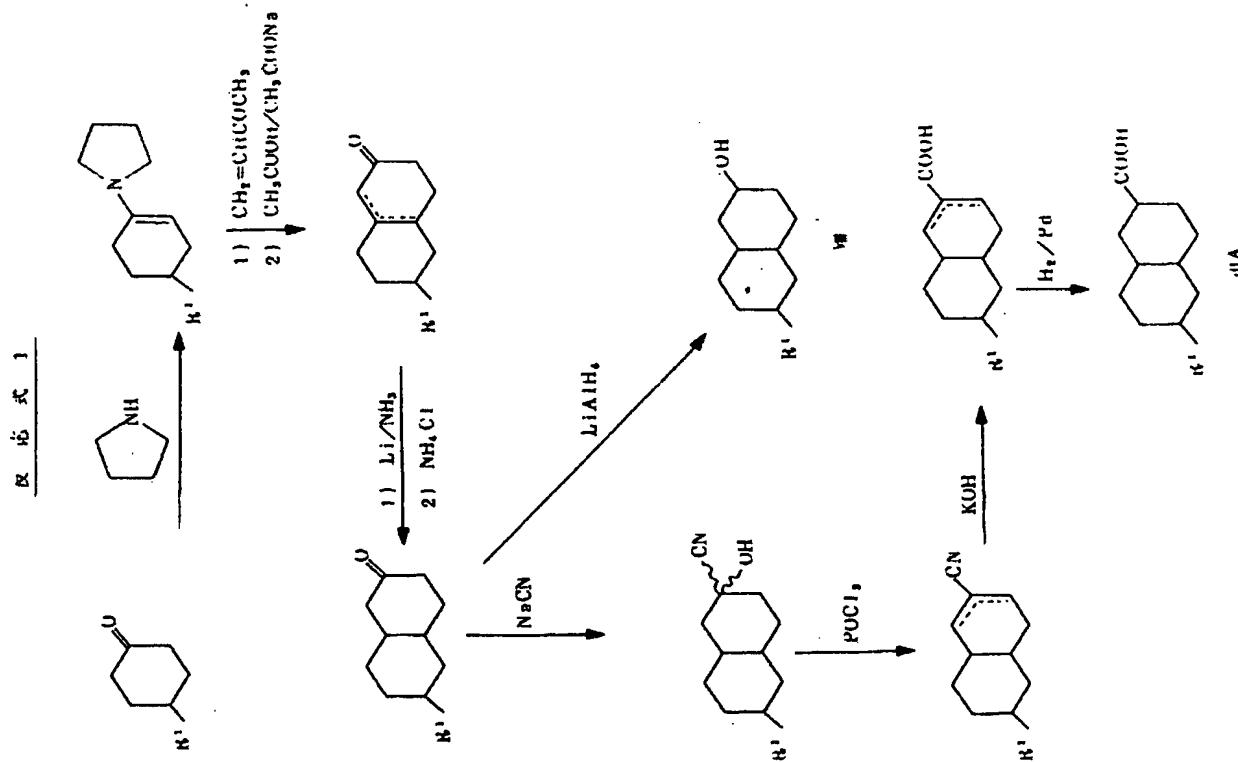
式IVの化合物は公知の化合物であるかまたは公知の化合物の同族体である。式IV及びV～IXの化合物は新規のものであり、本発明の目的を構成するものである。式IVの環は主として液晶特性を有している。式III、V、VI及びIXの化合物は一般式

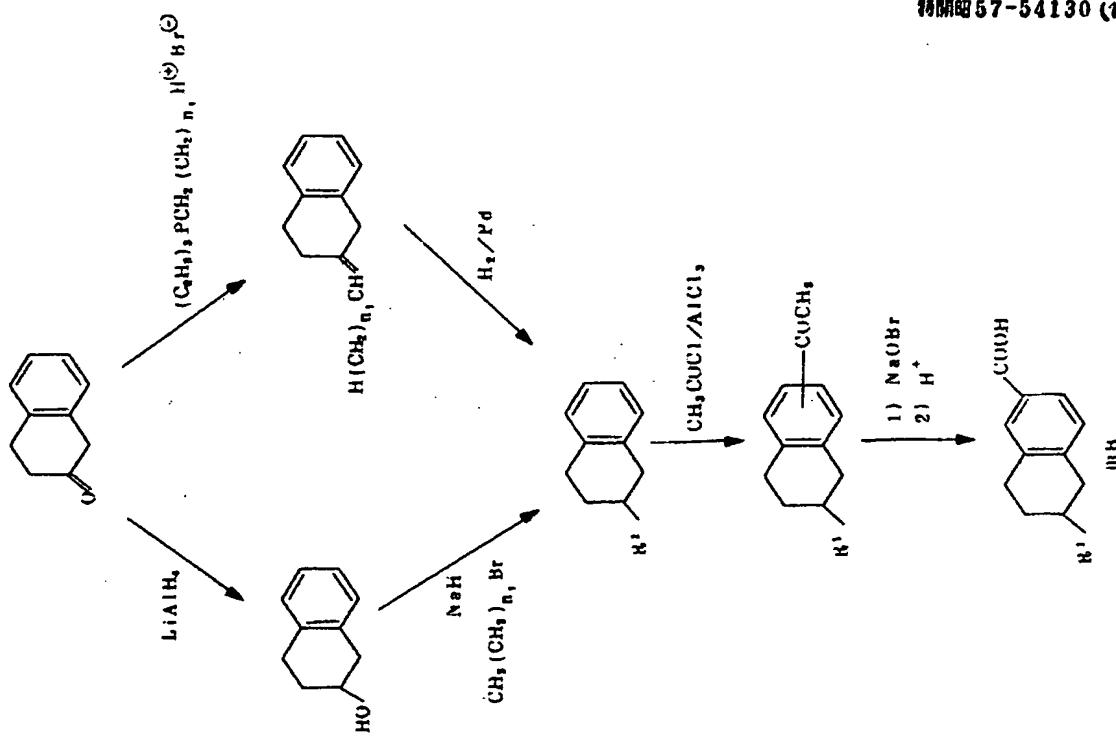
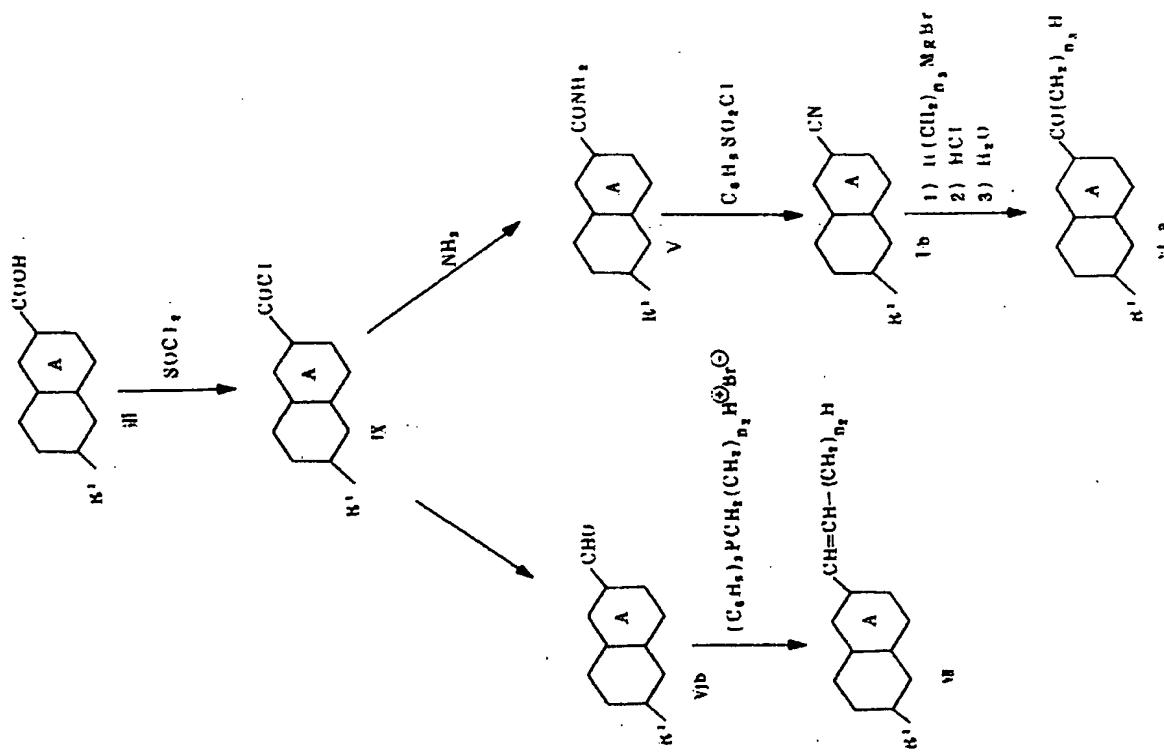


式中、R¹ 及び A は上記の意味を有し、そして R⁴ は水素、塩素、ヒドロキシもしくはアミノ基または炭素原子 1 ～ 10 個を含む直鎖状のアルキル基を表わす。

の詳にまとめることができる。

式III及びV～IXの新規な化合物は次の反応式1～3に従つて製造することができる：反応式中、R¹、A、n₁ 及び n₂ は上記の意味を有し、n₁ は 1 ～ 10 の整数を表わし、記号 (~~~) は樹木基が n₁ または n₂ 位階 (式の面の下または上) にあることを示し、点線 (----) はこれによつて表わされた結合の 2 つが二重結合であることを示す。



REACTION 2REACTION 3

シクロヘキサンとビロリジンとの反応（反応式1による）は例えば触媒のp-トルエンスルホン酸を用いてトルエン中で行うことができる。生じる水を水分離によって分離することができる。

1-ビロリジニル-1-シクロヘキセンとメチルビニルケトンとの反応は最も適当には無水トルエン中にて且つ不活性ガス雰囲気下で、メチルビニルケトンを滴下し、数時間後、酢酸ナトリウム／酢酸溶液を滴下しながら、混合物を還流下で加熱することによつて行われる。かくして6-ペンチル-オクタヒドロ- $\Delta^{1,10}$ -ナフタレン-2-オン及び6-ペンチル-オクタヒドロ- $\Delta^{9,10}$ -ナフタレン-2-オンの混合物が得られ、このものを分離せずに用いることができる。

不饱和ケトンの混合物の蒸元は例えば液体アンモニア中のリチウムを用いて行うことができる。

て、約200°Cに加熱して行うことができる。酸化アントリウムを添加して抽出した後、対応するオクタヒドロ- Δ^1 -ナフタレンカルボン酸及びオクタヒドロ- Δ^2 -ナフタレンカルボン酸の混合物が得られる。

不饱和酸の接触水素添加は普通の水素添加触媒例えばパラジウム、白金、ラネニツケル等を必要に応じて不活性担体物質に担持させた触媒を用いて行うことができる。触媒は飽和したアルコール、エーテル、エステル、カルボン酸等、好ましくはエタノールであることができる。通常シス異性体を含む生じる式III Aの複数のトランス-デカリン-2-カルボン酸を再結晶及び高真空下で昇華によつて精製することができる。

場合によつてはシス異性体との混合物である上記のトランス-デカリン-2-オンの式量のアルコールへの転化は例えばテトラヒドロフラン、ジ

塩化アンモニウムを添加して処理した後、シス-デカリン-2-オンとの混合物として対応するトランス-デカリン-2-オンが得られる。

不活性有機触媒（例えばエーテル）に溶解したデカリン-2-オン混合物を、例えばシアン化ナトリウム溶液及び塩酸を用いて約0°Cで対応するシアノヒドリン混合物に転化することができる。

シアノヒドリン混合物の脱水は適当な脱水剤例えばオキシ塩化リン、五酸化リン等を用いて、不活性有機溶媒または溶液混合物、好ましくはビリジン、ベンゼン等中で還流下で加熱して行うことができる。かくして得られるオクタヒドロ- Δ^1 -ナフタレン-2-カルボニトリル及びオクタヒドロ- Δ^2 -ナフタレン-2-カルボニトリルの混合物を分離せずに用いることができる。

不饱和ニトリルの混合物のケン化は例えばジェテレングリコール中の水酸化カリウム溶液を用い

エチルエーテル等の如き不活性有機触媒中の水酸化リチウムアルミニウムを用いて行うことができる。得られる粗製の式量の生成物を再結晶及びクロマトグラフィーによつて精製することができる。

反応式2によれば、2-テトラロンを、例えばアルキルトリフェニルホスホニウムプロマイド/ヨウビツティヒ (Wittig) アルキル化によつて、対応する2-アルキリデン-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレンに転化することができる。この反応は有利には不活性有機触媒例えばエーテルまたは飽和したもしくは芳香族炭化水素、例えばジェチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジメトキシエタン、トルエン等中にて、室温乃至反応混合物の沸点間の温度で行われる。用いる塩基は好ましくはアルカリ金属アルコート例えばカリウムヒドリート及びナトリウムメタレートである。

2-アルキリデン-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレンの接触水素添加は上記の式Ⅸの化合物の水素添加と同様の方法で行うことができる。

2-テトラロンのアルコールへの還元は例えばテトラヒドロフラン、ジエチルエーテル等の如き不活性有機溶媒中の水素化リチウムアルミニウムを用いて行うことができる。

アルコール（またはアルコレート）の2-アルコキシ-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレンへのエーテル化は、上記の式Ⅸのアルコールのエーテル化と同様の方法で行うことができる。

2-アルキル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレンまたは2-アルコキシ-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレンをそれ自体公知の方法において、フリーデルークラフツ(Friedel-Crafts)アシル化によつて、例えばジクロロメタン中の塩化アセチル及び塩化アルミニウムを用

いて、そして好ましくはジオキサン中の次亜鉛酸ナトリウムで酸化して、対応する1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸及び1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-7-カルボン酸の混合物に転化することができる。この混合物を再結晶によつて分離することができる；しかしながら、対応するアミドの分離がより簡単である。

式Ⅸのカルボン酸をそれ自体公知の方法において、例えば塩化チオニルを用いて、式Ⅸの酸塩化物に転化することができる。

式Ⅸの酸塩化物の対応する式Ⅴのアミドへの転化は例えば不活性有機溶媒（例えばジクロロメタンの如きハログン化された炭化水素）中のガス状アンモニアを用いて行うことができる。

式Ⅴのアミドの脱水による式Ⅰのニトリルの生成は上にすでに述べた。

式Ⅰのニトリルをクリニアールが液、例えばジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等の如きエーテル中の対応するアルキルマグネシウムプロマイドの溶液でアルキル化し、塩化水素ガスの導入によつてイミン塩酸塩に転化することができる。次にこのものを水と共にやや加温して式Ⅵのケトンに転化することができる。

更に、上記の式Ⅸの酸塩化物をそれ自体公知の方法において、例えば沸騰炭化水素中の水素及び部分的に不活性化されたパラジウム触媒によるローゼンムント(Rosenmund)反応によつて、式Ⅵのアルデヒドに転化することができる。

最後に、式Ⅵのアルデヒドを、上記の2-テトラロンのアルキル化と同様の方法で、ビンテイビ・アルキル化によつて式Ⅸの化合物に転化することができる。

式Ⅰの光学的活性化合物を製造するために、式

Ⅲまたは他の化合物を有利にはそれ自体公知の方法であるラセミ体分割法に従つて（シアステレオマー-アミドまたはエステルを経て）光学的対象体に分割し、そして更に同様の方法で反応させる。例えば式ⅢAの液（4個のキラール中心を有する）を1-フェニルエチルアミンと反応させ、得られるシアステレオマー-アミドを分離し、次いで光学的活性酸に加水分解することができる。

式Ⅰの化合物は1個またはそれ以上の式Ⅰの化合物からなる混合物の状態で、或いは他のネマティク及び/または非ネマティク物質、例えばシッフ(Schiff)塩基、アゾベンゼン、アゾキシベンゼン、フェニルベンゾエート、シクロヘキサンカルボン酸ノエニルエステル、ビフェニル、ターフエニル、フェニルシクロヘキサン、ケイ皮酸誘導体、フェニルビリミジン、ジフェニルビリミジン、シクロヘキシルフェニルビリミジン、フェニルジ

オキサン等の軽から重の物質との混合物の状態で用いることができる。かかる化合物は当署者にとつてはよく知られた公知のものである；例えばドイツ連邦特許出願公開明細書第2,306,738号、同第2,306,739号、同第2,429,093号、同第2,356,085号、同第2,636,684号、同第2,459,374号、同第2,547,737号、同第2,641,724号、同第2,708,276号、同第2,811,001号、及びz. Naturforsch. 34B, 1535 (1979) 参照。更に、かかるホマテイクまたは非ホマテイク物質の多くは市販されている。しかしながらまた、R²が式Iのエステル基を挟む式Iの化合物は純粋な状態で用いることができる。

本発明における液晶混合物は、全混合物が液晶特性を有するように、液晶特性を有する少なくとも1種の化合物を十分な量で含まなければならな

い。混合物の成分の重量比は共晶(eutectic)組成に対応する。しかしながら、式Iの化合物の割合は一般にR²がエステル基を有する場合、自由に選ぶことができ（好ましい範囲は約1～約80モル%である）、R²がアルキル、アルコキシまたはシアノを有する場合には約40モル%まで、好ましくは約1乃至約30モル%間である。

更に、本発明によつて提供される化合物は場合にとつては光学的活性化合物例えば光学的活性ビフェニル及び／または二色性着色物質例えばアゾ、アゾキシ及びアントラキノン着色物質を含むことができる。かかる化合物の割合は前述のピッチ(pitch)、色調、消光、溶解度等によつて決定される。

なかでも式Iの化合物及び他の液晶及び／または非液晶化合物及び／または二色性着色物質を含む混合物の製造はそれ自体公知の方法において、

例えば各成分の化合物を単に透明点以上の温度に加熱し、次いで冷却することによつて行われる。

また、本発明は全ての新規な化合物、混合物、及び、用語及び本明細書に述べた技術に関するものである。

次の混台実施例1～13は好ましいホマテイク混合物の例である。混台実施例1～10は、公知の液晶混合物（基本混合物A～C）に本化合物を加えた場合に、本発明によつて提供される化合物の影響を説明するものである。ηM/ηHは混合物の粘度(ηM)に対する基本混合物の粘度(ηH)の比である。

基本混合物A

ρ-ブチル安息香酸p'-シアノフェニルエス

タル5.77重筋%、

ρ-(5-ベンチル-2-ピリミジニル)ベン

ソニトリル6.19重筋%、

p-(5-ヘプナル-2-ピリミジニル)ベン

ソニトリル1.54重筋%、

トランス-4-ブロビルシクロヘキサンカルボ

ン酸p'-シアノフェニルエスタル1.2.1.5重筋

、トランス-4-ベンチルシクロヘキサンカルボ

ン酸p'-シアノフェニルエスタル1.2.3.7重筋

、トランス-4-ブチルシクロヘキサンカルボ

ン酸p'-エトキシフェニルエスタル2.2.0.2重

筋%、トランス-4-ベンチルシクロヘキサンカルボ

ン酸p'-メトキシフェニルエスタル1.9.9.2重

筋%、トランス-p-[5-(4-エチルシクロヘキ

ル)-2-ピリミジニル]ベンゾニトリル

1.1.0.4重筋%；

特許昭57-54130(10)

融点<-10℃；透明点72.7~73.0℃。

基本混合物B

p-ブチル安息香酸 p'-シアノフェニルエス
テル 8.00 重錠%、
p-(5-ベンチル-2-ビリミジル)ベン
ゾニトリル 7.19 重錠%，
p-(5-ヘプチル-2-ビリミジル)ベン
ゾニトリル 15.00 重錠%，
トランス-4-プロピルシクロヘキサンカルボ
ン酸 p-シアノフェニルエステル 15.54 重錠%，
トランス-4-ブチルシクロヘキサンカルボン
酸 p-シアノフェニルエステル 9.71 重錠%，
トランス-4-ベンチルシクロヘキサンカルボ
ン酸 p-シアノフェニルエステル 15.54 重錠%，
トランス-p-[5-(4-エチルシクロヘキ
シル)-2-ビリミジル]ベンゾニトリル
12.52 重錠%，

トランス-p-[5-(4-エチルシクロヘキ
シル)-2-ビリミジル]ベンゾニトリル
8.03 重錠%，

トランス-p-[5-(4-ベンチルシクロヘ
キシル)-2-ビリミジル]ベンゾニトリル
5.74 重錠%，

トランス-p-[5-(4-ヘプチルシクロヘ
キシル)-2-ビリミジル]ベンゾニトリル
14.94 重錠%；

融点<-10℃；透明点97.5℃。

混合実施例1

基本混合物A 9.0.0 重錠%，
6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボ
ン酸トランス-4-ベンチル-1-シクロヘキシ
ルエステル 10.0 重錠%；
融点<-10℃；透明点75.4~75.7℃。

混合実施例2

トランス-p-[5-(4-ヘプチルシクロヘ
キシル)-2-ビリミジル]ベンゾニトリル
16.50 重錠%，

融点<-10℃；透明点104.6~106.8℃。

基本混合物C

4'-ベンチル-4-シアノビンエニル
28.34 重錠%，
トランス-4-プロピルシクロヘキサンカルボ
ン酸 p-シアノフェニルエステル 7.94 重錠%，
トランス-4-ベンチルシクロヘキサンカルボ
ン酸 p-シアノフェニルエステル 7.22 重錠%，
トランス-4-ブチルシクロヘキサンカルボ
ン酸 p-(エトキシ)フェニルエステル 14.68 重
錠%，
トランス-4-ベンチルシクロヘキサンカルボ
ン酸 p-(メトキシ)フェニルエステル 13.11
重錠%，

基本混合物A 87.53 重錠%，

6-ベンチルトランス-デカリン-2-カル
ボン酸 p-エトキシフェニルエステル 12.47 重
錠%；

融点<-10℃；透明点80.7~81.1℃。

混合実施例3

基本混合物A 87.47 重錠%，
p-シアノフェニル-2-ヘプチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート
12.53 重錠%；

融点<-10℃；透明点79.7~80.2℃。

混合実施例4

基本混合物A 86.87 重錠%，
p-エトキシフェニル-2-ヘプチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート
13.13 重錠%；
融点<-10℃；透明点78.8~79.1℃。

混合実施例5

基本混合物A 87.33重錠、
p-ブチルフェニル-2-ベンチル-1,2,
3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート 12.67

重錠：

融点<-10°C；透明点73.3~73.6°C。

混合実施例6

基本混合物A 91.73重錠、
2-エチル-6-ベンチルトランスデカリ
ン 8.27重錠：
融点<-10°C；透明点61.7~62.5°C；
 $\eta_M / \eta_H = 0.783$ 。

混合実施例7

基本混合物C 91.73重錠、
2-エチル-6-ベンチルトランスデカリ
ン 8.27重錠：
融点<-10°C；透明点83.4~86.2°C；

$$\eta_M / \eta_H = 0.80$$

混合実施例8

基本混合物B 91.73重錠、
2-エチル-6-ベンチルトランスデカリ
ン 8.27重錠：
融点<-10°C；透明点89.7~91.9°C；
 $\eta_M / \eta_H = 0.63$ 。

混合実施例9

基本混合物A 90.80重錠、
2-エチル-6-ヘプチルトランスデカリ
ン 9.20重錠：
融点<-10°C；透明点62.0~62.7°C；
 $\eta_M / \eta_H = 0.771$ 。

混合実施例10

基本混合物A 88.87重錠、
6-プロピルトランスデカリニ-2-カル
ボン酸 p-エチルフェニルエステル 11.13重錠

%：

融点<-10°C；透明点74.0~74.4°C。

混合実施例11

p-ブチル安息香酸 p'-シアノフェニルエニ
テル 8.00重錠、
p-(5-ベンチル-2-ビリミジニル)ベン
ゾニトリル 7.20重錠、
p-(5-ヘプチル-2-ビリミジニル)ベン
ゾニトリル 6.00重錠、
トランス-4-ブチルシクロヘキサンカルボン
酸 p-(エトキシ)フェニルエステル 29.07
重錠、
6-プロピルトランスデカリニ-2-カル
ボン酸 p-シアノフェニルエステル 6.22重錠、
6-ベンチルトランスデカリニ-2-カル
ボン酸 p-エチルフェニルエステル 13.62重
錠、

6-ブチルトランスデカリニ-2-カルボ
ン酸トランス-4-ヘンチル-1-シクロヘキシ
ルエステル 19.89重錠、

融点<-10°C；透明点70.4~70.5°C。

混合実施例12

4' - ヘプチル-4-シアノビフェニル
22.97重錠、
トランス-4-ブチルシクロヘキサンカルボン
酸 p-(エトキシ)フェニルエステル 24.24
重錠、
トランス-4-ベンチルシクロヘキサンカルボ
ン酸 p-(メトキシ)フェニルエステル 21.33
重錠、

6-プロピルトランスデカリニ-2-カル
ボン酸 p-シアノフェニルエステル 5.18重錠、
6-ベンチルトランスデカリニ-2-カル
ボン酸 p-エチルフェニルエステル 11.35重
錠、

名、

6-ブチルトランステカリン-2-カルボン酸トランス-4-ベンチル-1-シクロヘキシリエステル 14.93 車前毛；

融点<-10℃；透明点 70.6~70.7℃。

混合実施例 1.3

トランス-4-ブチルシクロヘキサンカルボン酸 p-(エトキシ)フェニルエステル 22.19 車前毛；

トランス-4-ベンチルシクロヘキサンカルボン酸 p-(メトキシ)フェニルエステル 20.18 車前毛；

p-[2-(トランス-4-ブロビルシクロヘキシリ)-1-エチル]-ベンゾニトリル
29.63 車前毛；

6-ブロビルトランステカリン-2-カルボン酸 p-シアノフェニルエステル 4.31 車前毛；

6-ベンチルトランステカリン-2-カルボン酸 p-エチルフェニルエステル 9.45 車前毛；

6-ブチルトランス-4-ベンチル-1-シクロヘキシリエステル 14.24 車前毛；

融点<-10℃；透明点 64.2~64.3℃。

本発明によつて提供される式Iの化合物の製造を次の実施例に基づいてさらに説明する。

実施例 1

2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸 6.16g (2.5ミリモル)を、水分を排除しながら2時間、塩化チオニル 6.25gと共に煮沸下で沸騰させた。過剰量の塩化チオニルを除去した後、黄色油として酸塩化物を得た。

無水ベンゼン 10mlに溶解した酸塩化物を無水ビリジン 1.5ml中の p-シアノフェノール 2.99

g (2.5ミリモル)の3℃に冷却した溶液に攪拌しながら3~7℃で滴下し、この混合物を一夜放置し、次に氷30g及び塩酸(1:1)30mlの混合物に注ぎ、エーテルで完全に抽出し、有機相を氷冷した1N水酸化ナトリウム 3.5mlで1回、そして水で洗浄した。硫酸ナトリウムで乾燥し、残液を真空中で蒸発させた後、 p-シアノフェニル-2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエートの結晶性残渣(8.6g)が得られ、このものを精製するために、シリカゲル 230g上でクロマトグラフィーにかけた。ベンゼン/ヘキサン(1:1)及びベンゼンで溶離して物質 8.1g が得られ、このものを一定の融点及び透明点となるまでアセトン/ヘキサンから再結晶し、そして高真空中で一定重錠となるまで乾燥した。 p-シアノフェニル-2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエートの無色

の結晶が得られた；融点 72.7~73.3℃、透明点 127.7℃。

出光や質として用いた2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸は次の如くして製造することができた：

(a) カリウム tert-1-ブチレート 51.6g (0.456モル)を無水トルエン 1560ml中の 2-ベンチルトリフェニルホスホニウムプロマイド 178g (0.431モル)の懸濁液に加え、との混合物を室温で45分間攪拌し、これに無水トルエン 300ml中の 2-テトラロン 41.9g (0.287モル)の解液を50分間にわたつて滴下し、この混合物を3時間75~80℃に加熱した。この混合物を放冷し、水/水 1500mlに注いだ。有機相を分離し、水相をトルエンで更に2回抽出し、合流したトルエン相を水で洗浄した。硫酸ナトリウム上で乾燥し、粗粉を真空中で除去

した後、帯褐色の懸濁液 17.5 g が得られ、このものを精製するために、シリカゲル 45.0 g のカラムを通して精製した。ヘキサン及びベンゼン/ヘキサン (1:1) で溶離し、帯黄色油として 2-ペンチリデン-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン 53.2 g を得た。

(b) 2-ペンチリデン-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン 53.2 g、精留したアルコール 27.5 ml、トリメチルアミン 1.4 ml 及びバラジウム (炭素 5%) 1.44 g の混合物を水素雰囲気下にて、水素添加が終了するまで (24 時間)、重蒸で精製した。次いで触媒を汎別し、触媒を真空中で除去した。残渣として残った 2-ペンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン 49.4 g を高真空下で蒸留によつて精製した; 無色の液体 47.3 g; 鮎点 106~110°C (0.5 ミリバール)。

(d) ジオキサン 450 ml 中の 2-ペンチル-6-アセチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン及び 2-ペンチル-7-アセチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレンの混合物 54.6 g (0.223 モル) の溶液を 60°C に加温し、次亜鉛酸ナトリウムの溶液 (28% 水酸化ナトリウム 26.1 ml、氷 20.2 g 及び水 11.2 ml) に 0°C で臭素 51.5 ml を 3.5 分以内に滴下して製造したもの) に 3.0 分以内に攪拌しながら流入させた。次いで帯褐色の混合物を 3.0°C に加温し、脱色に伴い発熱反応が起つた。この混合物を更に 1 時間反応させ、過剰量の次亜鉻酸塩を亞硫酸水素ナトリウム溶液の添加によつて還元し、これに濃塩酸 10.2 ml を加え、この混合物をジクロロメタンで抽出した。水で洗浄し、硫酸ナトリウムで乾燥し、そして真空中で触媒を加热させた後、帯黄色の結晶性残渣として、2-ペンチル-1,2,3,4-

(c) 2-ペンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン 47.3 g (0.234 モル)、塩化アセチル 22.1 (0.281 モル) 及び無水ジクロロメタン 38.0 ml の混合物に、室温で攪拌しながら、無水塩化アルミニウム 37.6 g (0.282 モル) を 1 時間以内に 1 部づつ加え、この黄褐色の混合物を 3 時間煮沸下で沸騰させ、一夜放置し、次に氷/水 500 ml 及び濃塩酸 16.5 ml の混合物に注いだ。有機層を分離し、水相を更に 2 回ジクロロメタンで抽出し、有機相を 3 N 水酸化ナトリウム 23.0 ml 及び水で洗浄し、硫酸ナトリウム上で乾燥し、触媒を真空中で除去した。帯褐色の液体として、2-ペンチル-6-アセチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン及び 2-ペンチル-7-アセチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレンの混合物 57.8 g が得られ、このものを直接反応させた。

-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸及び 2-ペンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-7-カルボン酸の粗製の混合物 57.9 g が得られた。この 2 様の酸の混合物をヘキサン、エタノール、イソプロパノール等からくり返し再結晶して分離することができた。しかしながら更に有利には、適当な溶媒 (例えばアセトン) から再結晶し、次いで加水分解 (例えばジエチレングリコール中の水酸化カリウムで) し、対応するアミド (後記実施例 1.0 に従つて製造したもの) を分離することである。2-ペンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボキシアミドは 166.4~167.8°C で熔融し、2-ペンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-7-カルボキシアミドは 112.9~123.5°C で熔融した。液晶性 2-ペンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸は

般点 122.9～123.1℃及び透明点 174.9～177.6℃を有していた；2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-7-カルボン酸は103.6～105.5℃で熔融し、このものは液晶性ではなかつた。

上記同様の方法で次の化合物を得ることができた：

p-シアノフェニル2-ヘプチル-1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート；触点73.4℃、透明点123.5℃；
2-ヘプチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸；触点126.0～126.5℃、透明点168.4～169.5℃；
2-ヘプチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-7-カルボン酸；触点118.4～119.0℃；
2-ヘプチル-1,2,3,4-テトラヒドロ-

ナフタレン-6-カルボキシアミド；触点

133.5～133.9℃；

2-ヘプチル-1,2,3,4-テトラヒドロ

ナフタレン-7-カルボキシアミド；触点

113.2～113.7℃。

実施例2

実施例1と同様にして、2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸6.16g(25ミリモル)を塩基化物に転化し、このものを無水ビリジン5mL中のp-エトキシフェノール3.45g(25ミリモル)と反応させた。粗製のp-エトキシフェニル-2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート8.9gが得られ、このものを精製するためにはシリカゲル230g上でクロマトグラフィーにかけた。トルエン/ヘキサン(1:1)及びトルエン/ヘキサン(7:3)で溶離し、物質8.8g

が得られ、このものを一定の触点及び透明点になるまでアセトン/ヘキサンから再結晶し、そして高真空中(0.01ミリバール)で一定重締になるまで乾燥した。p-エトキシフェニル2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエートの無色の結晶が得られた；触点95.4～96.2℃、透明点119.0～119.4℃。

上記同様の方法で次の化合物を製造することができた：

p-エトキシフェニル2-ヘプチル-1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート；触点83.8℃、透明点116℃。

実施例3

実施例1と同様にして、2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸2.0g(8.12ミリモル)を塩基化チオニル2.0mLによつて塩基化物に転化し、このものを無水ビ

リジン5mL中のp-エトキシフェノール1.234g(8.00ミリモル)と反応させた。粗製のS-(p-エトキシフェニル)2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロチオ-6-ナフトエートが得られ、このものを精製するためにはシリカゲル95g上でクロマトグラフィーにかけた。ヘキサン/トルエン及びトルエンで溶離し、物質2.7gが得られ、このものを一定の触点及び透明点になるまでアセトン/ヘキサンから再結晶し、そして高真空中(0.01ミリバール)で一定の重締になるまで乾燥した。S-(p-エトキシフェニル)2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロチオ-6-ナフトエートの無色の結晶を得た；触点82℃、透明点145℃。

実施例4

実施例1と同様にして、2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン

特開昭67-54130(24)

液 2.0 g (8.12ミリモル) を酸塩化物に転化し、このものを無水ビリジン 5 mL 中の p-ブチルフェノール 1.202 g (8.0ミリモル) と反応させた。粗製の p-ブチルフェニル 2-ベンチル -1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエート 3.0 g が得られ、このものを精製するためにシリカゲル 9.5 g 上でクロマトグラフィーにかけた。ヘキサン / トルエン (1 : 1) で溶離し、物質 2.8 g が得られ、このものを一定の触点及び透明点になるまでエーテル / ヘキサンから再結晶し、そして高真空中下 (0.01ミリバール) で一定の重錠になるまで乾燥した。p-ブチルフェニル 2-ベンチル -1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフトエートの無色の結晶が得られた：触点 48.1°C、透明点 80.7°C。

実施例 5

6-ベンチルトランス-デカリン-2-カル

結晶性混液 (2.6 g) を精製するためにシリカゲル 9.0 g 上でクロマトグラフィーにかけた。ヘキサン / トルエン及びトルエンで溶離し、物質 2.5 g が得られ、このものを一定の触点及び透明点になるまでヘキサンから再結晶し、そして高真空中下 (0.01ミリバール) で一定の重錠になるまで乾燥した。6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸ローシアノフェニルエステルの無色の結晶が得られた：触点 79.9°C、透明点 148.0°C。

出発物質として用いた 6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸は次の如くして製造することができた：

(a) 4-ベンチルシクロヘキサン 84.1 g (0.5モル)、ビロリジン 51.3 g (0.72モル)、トルエン 120 mL 及び p-トルエンスルホン酸 0.62 g の混合物を水分離器に連絡して 2時間加

温液 1.893 g (7.50ミリモル) を、水分を排除しながら、塩化チオニル 1.5 gと共に 2時間還流下で沸騰させた。過剰量の塩化チオニルを真空下で除去した後、帯褐色の液体として塩化物が得られた。

無水ベンゼン 10 mL で希釈したこの酸塩化物を無水ビリジン 7.5 mL 中の p-シアノフェノール 0.893 g (7.497ミリモル) の 3 倍に冷却された溶液に、3~7°C で搅拌しながら滴下し、この混合物を 3.5 時間 50~55°C に加熱し、室温で一夜放置した。次にこの混合物を氷 1.5 g 及び塩酸 (1 : 1) 1.5 mL の混合物に注ぎ、エーテルで完全に抽出し、有機相を氷冷した 1 N 水酸化ナトリウムで 1 回、そして水で洗浄した。硫酸ナトリウムで乾燥し、そして真空中で液膜を除去した後で得られた 6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸ローシアノフェニルエステルの

熱沸騰させ、分離したビロリジンを含む水を分解した。4-ベンチル-1-ビロリジニル-1-シクロヘキサンを含む残渣をまず真空中下で過剰量のトルエンを除去し、次に高真空中下で蒸留した：沸点 107~113°C (0.16ミリバール)、帯褐色の液体。

(b) 4-ベンチル-1-ビロリジニル-1-シクロヘキサン 98.4 g (0.444モル) 及び無水トルエン 31.5 mL の混合物に、搅拌し且つ結果を気しながら 1 時間以内にメチルビニルケトン 35.9 g (0.512モル) を滴下した (温度は 42°C に上昇した)。この混合物を一夜放置し、次に還流下で 3 時間沸騰させた。この沸騰混合物に水 39.1 mL 中の無水酢酸ナトリウム 19.6 g (0.238モル) 及び水酢酸 39.1 mL の溶液を加え、この混合物を更に 8 時間還流下で沸騰させた。冷却後、トルエン層を分離し、水相をトルエンで

更に2回抽出し、有機相を順次水、1N塩酸、水、飽和炭酸水素ナトリウム溶液及び水で洗浄し、次に硫酸ナトリウム上で乾燥した。溶液を真空下で除去した後、褐色の液体として、6-ペンチルオクタヒドロ- $\Delta^1,10$ -ナフタレン-2-オン及び6-ペンチル-オクタヒドロ- $\Delta^1,10$ -ナフタレン-2-オンの混合物(106g)が得られた。粗製するために、この混合物を高真空下で蒸留した。収量：褐色の液体69.4g；沸点127～132℃(0.22ミリバール)。

(c) 無水エーテル450ml中の上記6-ペンチルオクタヒドロ- $\Delta^1,10$ -ナフタレン-2-オン及び6-ペンチル-オクタヒドロ- $\Delta^1,10$ -ナフタレン-2-オンの混合物7.12g(0.323モル)の溶液を液体アンモニア2l中のリチウム鹼17.2g(2.479グラム原子)の溶液に搅拌しながら滴下し(ドライアイス・コンデンサー)、

ルーシス-デカリン-2-オンの混合物69.4g(0.312モル)に加えた。この混合物を0℃に冷却し、これに25%塩酸69.9mlを搅拌しながら2時間以内に滴下した。次いでこの混合物を室温で更に1時間搅拌し、有機相を分離し、水相をエーテルで更に2回抽出し、合併した有機相を水で洗浄し、硫酸ナトリウムで乾燥した。真空下で溶液を除去した後に得られたシアノヒドリン混合物(褐色油75.6g)を粗製の状態で用いた。

(d) 上記の粗製のシアノヒドリン混合物75.6g(0.303モル)を無水ビリジン81ml及び無水ベンゼン67mlに搅拌しながら溶解し、-2℃に冷却し、オキシ塩化リリン42.0g(0.460モル)及び無水ビリジン53.4mlの混合物で20分以内に滴下処理し、次に還流下で4時間沸騰させた。最初に生じた沈殿物は加熱した際に溶解したが、しかし一夜冷却した際に再び沈殿した。この

この混合物を更に1時間反応させ、無水エーテル1lで希釈し、脱色が起るまで、塩化アンモニウム113g(2.112モル)を一部づつ加えた。アンモニアを室温で一夜蒸発させ、この混合物を水で冷却し、濃塩酸でコンゴー酸性にした。水及び追加量のエーテルを加えた後、エーテル層を分離し、水相をエーテルで更に2回抽出し、有機相を水で洗浄し、硫酸ナトリウム上で乾燥した。溶液を真空下で除去した後、褐色の液体として主に6-ペンチルトランス-デカリン-2-オン及び6-ペンチルシス-デカリン-2-オンの混合物69.4gが得られ、このものを粗製の状態で用いた。

(e) 水54ml中のシアノ化ナトリウム23.6g(0.482モル)の溶液を、窒素通気しながら、エーテル350mlに溶解した上記の6-ペンチルトランス-デカリン-2-オン及び6-ペンチ

ルーシス-デカリン-2-オンの混合物69.4g(0.312モル)に加えた。この混合物を0℃に冷却し、エーテル層を分離し、水相をエーテルで更に2回抽出した。エーテル相を水で洗浄し、硫酸ナトリウム上で乾燥し、真空下で溶液を除去した。暗褐色油72.5gが得られ、このものは主に6-ペンチルトランス-オクタヒドロ- Δ^1 -ナフタレン-2-カルボニトリル及び6-ペンチルトランス-オクタヒドロ- Δ^1 -ナフタレン-2-カルボニトリル、並びに加えて対応する9,10-シス化合物からなっていた。この混合物を粗製の状態で用いた。

(f) 上記のニトリル混合物(72.5g、0.313モル)を、ジエチレングリコール355ml中の水酸化カリウム35.1g(0.625モル)の熱溶液と共に、窒素通気しながら200℃(浴温)に6.5時間加熱した。その後、アンモニアの発生はほとんど終了した。この混合物を放冷し、水500

上で希釈したこのアルカリ性溶液をエーテルで3回抽出し、有機相を水で2回逆抽出した。酢酸ナトリウムで乾燥し、エーテルを蒸発させた後に得られた暗褐色油 1.7.2 g が得られた。水相（水洗液を含む）を3 N 飽和でコンゴー酸性にし、沈殿または糊りを生じた。この混合物をエーテルで完全に抽出し、有機相を水で洗浄し、酢酸ナトリウムで乾燥した。真空下で蒸発させた後、褐色の固体残渣 5.7.6 g が得られ、このものは主として6-ベンチルトランスーオクタヒドローム¹ - ナフタレン-2-カルボン酸及び6-ベンチルトランスーオクタヒドローム² - ナフタレン-2-カルボン酸、並びに加えて対応する 9, 10-シス化合物からなつていた。精製するために、この残渣を極トルエンに溶解し、シリカゲル 3.0 g のカラムを通して通過した。トルエン及び 1,6 または 2 % アセトンを含むトルエンで溶離し、褐色

の結晶性物質が合計 4.5.9 g が得られ、このものを直接使用した。

(ii) 不飽和酸の上記混合物 (4.5.9 g) を精留したアルコール 7.0 ㎖ に加温しながら溶解し、室温に冷却し、バラジウム/炭素 (5 % バラジウム) 4.3 g で処理した後、水素が加が終るまで、水素雰囲気下で振盪した (24時間)。次に触媒を伊別し、溶液を真空下で蒸発させた。帯黄褐色の結晶性残渣 4.5.9 g が得られ、このものは主として 6-ベンチルトランスードカリント-2-カルボン酸からなり、加えて未だシス異性体を含んでいた。精製するために、残渣をエーテル/ヘキサンまたはヘキサンから数回再結晶し、精製はガスクロマトグラフィー、融点及び透明点によつて追跡した。高真空下 (0.01 ミリバール) で昇華させた後、無色の結晶として純粋な結晶 6-ベンチルトランスードカリント-2-カルボン酸 1.3.7

g が得られた；融点 113.5 ~ 114.3 ℃、透明点 165.8 ~ 167.1 ℃。

上記同様の方法で次の化合物を得ることができた：

6-エチルトランスードカリント-2-カルボン酸 p-シアノフェニルエスチル；融点 62.9 ℃、透明点 122 ℃；

6-プロピルトランスードカリント-2-カルボン酸 p-シアノフェニルエスチル；融点 79.9 ℃、透明点 147.6 ℃；

6-ヘプチルトランスードカリント-2-カルボン酸 p-シアノフェニルエスチル；融点 76.4 ℃、透明点 141 ℃ (モノトロピック・スマエティク [monotropic smectic])、56.5 ℃ 以下)；

6-エチルトランスードカリント-2-カルボン酸；融点 113.0 ~ 114.5 ℃、透明点 142.2

~ 142.9 ℃；

6-プロピルトランスードカリント-2-カルボン酸；融点 123.7 ~ 124.5 ℃、透明点 165.0 ~ 166.0 ℃；

6-ブチルトランスードカリント-2-カルボン酸；融点 113.9 ~ 114.6 ℃、透明点 159.3 ~ 162.0 ℃；

6-ヘプチルトランスードカリント-2-カルボン酸；融点 114.8 ℃、透明点 162.0 ℃。

実施例 6

実施例 5 と同様にして、6-ベンチルトランスードカリント-2-カルボン酸 1.893 g (7.50 ミリモル) を酸塩化物に転化し、このものを無水ビリジン 7.5 ㎖ 中の p-エトキシフェノール 1.036 g (7.498 ミリモル) と反応させた。実施例 5 に述べた如く、同様な反応方法及び処理を行つた後、精製の結晶性 6-ベンチルト

ラヌースーデカリントー²-カルボン酸ローエトキシ
フェニルエステル 2.6 g が得られ、このものを精
製するためにシリカゲル 90 g 上でクロマトグラ
フイーにかけた。ヘキサン/トルエン (1:1)
及びトルエンで溶離し、物質 2.5 g が得られ、こ
のものを一定の融点及び透明点になるまでエーテル
シ/ヘキサンから再結晶し、そして高真空中
(0.01 ミリバール) にて一定重錠になるまで乾
燥した。無色の結晶として 6-ベンチルトラン
スードカリントー²-カルボン酸ローエトキシフェ
ニルエステルを得た；融点 90.0°C、透明点
142.6°C。

実施例 7

実施例 5 と同様にして、6-ベンチルトラン
スードカリントー²-カルボン酸 1.893 g (7.50
ミリモル) を酸塩化物に転化し、このものを無水ビ
リジン 7.5 mL 中の p-エチルフェノール 0.916

持開昭 57-54130 (27)
g (7.498 ミリモル) と反応させた。同様な反
応方法及び処理後、粗製の結晶性 6-ベンチル
トランスードカリントー²-カルボン酸ローエチル
フェニルエステル 2.5 g が得られ、このものを精
製するために、シリカゲル 90 g 上でクロマトグラ
フイーにかけた。ヘキサン/トルエン (1:1)
で溶離し、物質 2.3 g が得られ、このものを一定
の融点及び透明点になるまでエーテル/ヘキサン
及びヘキサンで再結晶し、高真空中 (0.01 ミリ
バール) で一定重錠になるまで乾燥した。無色の
結晶として 6-ベンチルトランスードカリントー²-カルボ
ン酸ローエチルフェニルエステルを得た；融点 54.1°C、透明点 95.4°C。

上記同様の方法で、次の化合物を製造するこ
とができた：

6-メチルトランスードカリントー²-カルボ
ン酸 p-ブチルフェニルエステル；融点 59.5°C、

透明点 48.9°C (モノトロピック・スマティク、
56.5°C 以下)；

6-エチルトランスードカリントー²-カルボ
ン酸 p-エチルフェニルエステル；融点 56.4°C、
透明点 57.5°C；

6-ブロビルトランスードカリントー²-カルボ
ン酸 p-エチルフェニルエステル；融点 74.9
~75.4°C、透明点 88.0°C；

6-ブチルトランスードカリントー²-カルボ
ン酸 p-エチルフェニルエステル；融点 66.9°C、透明
点 84.5°C；

6-ヘプチルトランスードカリントー²-カルボ
ン酸 p-エチルフェニルエステル；融点 66.0
°C；

6-ヘプチルトランスードカリントー²-カルボ
ン酸 p-ブチルフェニルエステル；融点 56.4
°C、透明点 94.8°C (モノトロピック・スマティ

ク、54.4°C 以下)。

実施例 8

6-ベンチルトランスードカリントー²-カル
ボキシアミド 8.95 g (35.60 ミリモル) を無
水ビリジン 84 mL に溶解させ、搅拌しながらベン
ゼンスルホニルクロライド 12.94 g (73.29
ミリモル) で処理した。透明になつた溶液を室温
で一夜放置し、次に氷 190 g 及び塩酸 (1:1)
180 mL の混合物に注ぎ、エーテルで完全に抽出
した。エーテル溶液を水で洗浄して中性にし、硫酸
ナトリウム上で乾燥し、精製を真空下で蒸発さ
せた。赤黄色油として粗製の 6-ベンチルトラン
スードカリントー²-カルボニトリル 11.0 g が
得られ、このものは後に結晶し、そして精製する
ために、シリカゲル 200 g 上でクロマトグラ
フイーにかけた。トルエン 30 mL、40 mL 及び 50
mL を含むヘキサン/トルエン混合物で溶離し、物

特開昭57-54130.(28)

質 8.1 g が得られ、このものを一定の触点になるまでヘキサンから再結晶し、次に高真空中で蒸留した；沸点 115～120°C (0.02 ミリバール)。無色の結晶として、触点 41.9°C の 6-ペンチルトランステカリン-2-カルボニトリルを得た。

出発物質として用いた 6-ペンチルトランステカリン-2-カルボキシアミドは次の如くして製造することができた：

6-ペンチルトランステカリン-2-カルボン酸に加えて、未だそのシス異性体を含有する実施例 5 で得られた母液 31.0 mL (0.123 モル) を実施例 5 と同様にして、塩化チオニル 13.3 mL により酸塩化物に添加した。過剰量の塩化チオニルを除去した後、このものを無水ジクロロメタン 100 mL で希釈し、この溶液をアンモニアガスで飽和した無水ジクロロメタン 465 mL の

解液に攪拌し且つ冷却しながら滴下した。アンモニアガスを更に 2.5 時間導入し、この混合物を真空中で蒸発乾固させ、水 530 mL 及びエーテル 600 mL で処理し、室温で 30 分間搅拌した。沈殿物を吸引沪別し、水及びエーテルで洗浄し、そして乾燥した。6-フエニルトランステカリン-2-カルボキシアミド 8.9 g が得られ、このものを精製するために、ジオキサンから再結晶し、高真空中で昇華させた；無色の結晶、触点 211.6～212.7°C。このエーテル溶液から、くり返し再結晶して（ガスクロマトグラフィーによつて測定）、更にトランス・アミド 1.1 g が得られ、母液をエーテルから再結晶して、無色の結晶（触点 126.7～128.0°C）として 6-ペンチルシスステカリン-2-カルボキシアミドを得た。

上記同様の方法で次の化合物を製造することができた：

6-エチルトランステカリン-2-カルボニトリル；触点 34.7°C；

6-プロピルトランステカリン-2-カルボニトリル；触点 63.8°C；

6-エチルトランステカリン-2-カルボキシアミド；触点 224.6～225.0°C；

6-プロピルトランステカリン-2-カルボキシアミド；触点 225.0～226.0°C；

6-エチルシスステカリン-2-カルボキシアミド；触点 129.5～131.5°C；

6-プロピルシスステカリン-2-カルボキシアミド；触点 126.6～127.1°C。

実施例 9

6-ペンチル-2-バレリルトランステカリン 3.478 g (1.189 ミリモル)、無水エタノール 11.4 mL 及びヒドラジン水和物 1.339 g (26.75 ミリモル) の混合物を加熱しながら溶

解させ、一夜放置した。ジエチレングリコール 12.2 mL 及び水酸化カリウム 1.8 g (3.208 ミリモル) の添加後、この混合物を下降コンデンサの下で 2 時間 200°C (浴槽) に加熱し、この温度で 1.5 時間放置した。留出物及び残渣を合わせ、水 25 mL で処理し、エーテルで抽出した。有機相を水で洗浄し、硫酸ナトリウム上で乾燥した。溶液を真空中で蒸発させた後、粗製の 2,6-ジペンチルトランステカリン 3.35 g が得られ、このものを精製するために、シリカゲル 90 g 上でクロマトグラフィーにかけた。ヘキサンで洗浄して物質 1.74 g が得られ、このものを高真空中にて、145°C / 0.03 ミリバールで蒸留した。触点 47.8°C の 2,6-シベンチルトランステカリンの無色の結晶を得た。

出発物質として用いた 6-ペンチル-2-バレリルトランステカリンは次の如くして製造す

ることができた：

無水エーテル 7 ml 中のマグネシウム 0.513 g (21.10ミリグラム原子) の懸濁液に臭化ローブチル 2.890 g (21.09ミリモル) 及び無水エーテル 3.5 ml の混合物を滴下して、クリニアール溶液を製造した。マグネシウムが溶解した後、無水エーテル 7 ml 中の 6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボニトリル (実施例 8 に従つて製造したもの) 4.301 g (17.57モル) の溶液を攪拌しながら 35~37°C で滴下し、この混合物を蒸流水下で 7 時間沸騰させ、そして一夜放置した。次にメタノール 3.326 g (0.104モル) を滴下し、30 分間攪拌した後、生じた沈殿物を吸引分離し、無水エーテルで十分に洗浄した。次いで沪液中に塩化水素ガスを、0°C に冷却しながら 1 時間導入し、この混合物を蒸縮乾固させた。帯褐色の得られた油として 6-ベンチル-2-バレ

ルトランス-デカリンのイミン化合物 6.9 g を得た。このものを水 5.0 ml と共に 30 分間 5.0 °C に加熱し、油として 6-ベンチル-2-バレルトランス-デカリンが分離し、このものは機械結晶した。この混合物をエーテルで抽出し、有機相を水で洗浄し、硫酸ナトリウム上で乾燥し、溶媒を真空下で除去した。帯褐色の結晶する油 5.3 g が得り、このものを精製するために、再結晶 (例えばヘキサン) することができた。かくして融点 47.0~48.5°C の 6-ベンチル-2-バレルトランス-デカリンの無色の結晶を得た。

上記同様の方法で次の化合物を得ることができた：

2-エチル-6-ブロビルトランス-デカリン：沸点 90°C / 0.007 ミリバール；
2-エチル-6-ベンチルトランス-デカリン：沸点 110°C / 0.007 ミリバール；

2-エチル-6-ヘプナルトランス-デカリン：沸点 140°C / 0.007 ミリバール；

6-エチル-2-ブロビオニルトランス-デカリン：液体；

6-エチル-2-バレリルトランス-デカリン：油；

6'-エチル-2-ヘプタノイルトランス-デカリン：結晶性。

実施例 10

2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボキシアミド 2.605 g (10.6ミリモル) を無水ビリジン 4.0 ml に溶解させ、攪拌しながらベンゼンスルホニルクロライド 2.86 g (16.2ミリモル) で処理した。透明になつたこの溶液を量器で一夜放置し、次に氷 5.0 g 及び過塩素酸 4.0 ml の混合物に注ぎ、ジクロロメタンで完全に抽出した。有機相を水で洗浄し

て中性にし、硫酸ナトリウム上で乾燥し、溶媒を真空下で蒸発させた。帯黄色油として粗製の 2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボニトリル 2.390 g が得られ、このものを精製するために、シリカゲル 9.0 g 上でクロマトグラフィーにかけた。ヘキサン/トルエン (1:1) 及びトルエンで溶離し、帯黄色油 2.35 g が得られ、このものは -10°C で結晶化した。この溶液を -10°C に冷却して少量のエタノールから、一定の融点になるまで結晶化させ、沈殿した結晶から母液を分離した (例えばデカンテーション、ビベット操作または冷フィルターを通す沪液による)。次にこのものを高真空下 (0.01 ミリバール) で一定重量になるまで乾燥した。2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボニトリルの無色の結晶 (または無色の油) を得た；融点 18.2°C。

特開昭57-54130 (30)

れ、このものを精製するために、ジオキサンから再結晶し、高真空下（0.01ミリバール）で昇華させた；無色の結晶；融点166.4～167.8℃。

上記同様の方法で次の化合物を製造することができた：

2-ヘプチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボキシアミドは次の如くして製造することができた：

実施例1に従つて得られた2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボン酸7.4g（3.00ミリモル）を実施例1に述べた如くして塩化チオニル6.8gで酸塩化物に転化した。過剰量の塩化チオニルを除去した後、酸塩化物をジクロロメタン100mlで希釈し、この溶液を攪拌し且つ冷却しながら、アンモニアガスで飽和した無水ジクロロメタン200mlの溶液に滴下した。追加のアンモニアガスを更に2時間導入し、この混合物を真空下で蒸発乾固させ、水200mlで処理し、30分間振盪し、沈殿物を吸引別し、水で洗浄し、そして乾燥した。粗製の2-ベンチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-6-カルボキシアミド7.66gが得ら

メチルアミノ)ビリジン0.20g（1.637ミリモル）を加え、5℃に冷却した後、攪拌しながら固体のジシクロヘキシルカルボジアミド2.48g（1.202ミリモル）を加えた。短時間後に、ジシクロヘキシル尿素が分離し始めた。2℃で1時間そして室温で1.25時間後、沈殿物を吸引別し、塩化メチレン及びヘキサンで逆抽出した。沪液を真空下で蒸発させ、粗製の6-エチルトランス-デカリン-2-カルボン酸トランス-4-ベンチル-1-シクロヘキシルエステルを得た；融点50.4℃、透明点86.3℃。

上記同様の方法で次の化合物を製造することができた：

6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸トランス-4-ベンチル-1-シクロヘキシルエステル；融点62.2～65.4℃；透明点109.3℃。

実施例12

6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸（実施例5に従つて製造したもの）0.952g（3.99ミリモル）を、トランス-4-ヒドロキシシクロヘキサン-1-カルボニトリル0.500g（3.99ミリモル）及び4-(ジメチルアミノ)ビリジン0.081g（0.663ミリモル）と共に、無水塩化メチレン14mlに溶解し、次にこの溶液

ーシアノー-1-シクロヘキシル-カルボジイミド。

実施例13

実施例5に従つて得られた粗製の6-アルキルトランス-デカリン-2-カルボン酸を精製するため、また対応する6-アルキルトランス-デカリン-2-カルボン酸アニリドを有利に製造することができた：

粗製の6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸3.144g(1.25ミリモル)を実施例5に述べた方法と同様にして酸塩化物に転化した。過剰量の塩化チオニルを真空中で除去した後、粗製の酸塩化物を無水塩化メチレン15mLに溶解し、無水塩化メチレン3.5mL中のアニリン2.56g(27.5ミリモル)の冷却された溶液に搅拌しながら滴下し、アニリン塩酸塩の沈殿が直ちに生じた。室温で2.5時間搅拌した後、この混合物を水50mLで処理し、塩化メチレンで完全に

した浴液にジシクロヘキシル-カルボジイミド0.992g(4.801ミリモル)を加えた。短時間後に、ジシクロヘキシル尿素が分離し始めた。2℃で1時間そして室温で1.25時間後、沈殿物を吸引沪別し、塩化メチレン及びヘキサンで逆抽出した。浴液を真空中で蒸発させ、粗製の6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸トランス-6-シアノシクロヘキシルエステル1.831gが得られ、このものを精製するために、シリカゲル50g上でクロマトグラフieにかけた。トルエン及びトルエン/0.5%または1%アセトンで分離し、物質1.240gが得られ、このものを一定の融点及び透明点になるまでアセトン/ヘキサンから再結晶し、そして高真空中(0.01ミリバール)で一定の重複になるまで乾燥した。融点103.3℃の無色の結晶として、6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸トランス-4-

抽出した。有機抽出液を水で洗浄し、硫酸ナトリウム上で乾燥し、浴液を真空中で除去した。粗製の6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸アニリドの結晶性強度を例えれば一定の融点になるまで且つガスクロマトグラフieにおいて不純物が消滅するまでエタノールから再結晶した。かくして純粹で無色の6-ベンチルトランス-デカリン-2-カルボン酸アニリドを得た：融点177.9~178.6℃。

上記同様の方法で次の化合物を製造することができた。

6-メチルトランス-デカリン-2-カルボン酸アニリド；融点188.2~189.4℃；

6-エチルトランス-デカリン-2-カルボン酸アニリド；融点189.4~190.8℃；

6-ブロビルトランス-デカリン-2-カルボン酸アニリド；融点194.5~196.3℃；

6-ブチルトランス-デカリン-2-カルボン酸アニリド；融点185.7~186.7℃；

6-ヘプチルトランス-デカリン-2-カルボン酸アニリド；融点171.9~173.0℃。

このアニリドを加水分解によつて、例えはエチレンクリコール中の水酸化カリウムによつて沸点で加水分解し、次いで酸性にして、純粹な6-アルキルトランス-デカリン-2-カルボン酸に転化することができた。

特許出願人 エフ・ホフマンーラ・ロシュ・ウント・コンパニー・アクチエングゼルシャフト

代理人弁理士 小田島 平吉

第1頁の続き

特開昭57- 54130(22)

④Int. Cl. ³	識別記号	序内整理番号
C 07 C 62/08		7188-4H
63/49		6526-4H
63/68		6526-4H
69/013		6556-4H
69/017		6556-4H
103/19		7375-4H
103/22		7375-4H
103/26		7375-4H
121/46		7731-4H
121/60		7731-4H
121/75		7731-4H
153/07		7142-4H
C 09 K 3/34		7229-4H
G 02 F 1/13		7448-2H
G 09 F 9/00		6865-5C

優先権主張 ②1981年5月27日③スイス(C
H)④3482/81-5

⑦発明者 マルティン・シャツト
スイス国4411ゼルテイスベルク
・リースラーシュトラーセ77
⑧発明者 アロイス・ヴィリガー
スイス国バーゼル・イムエツテ
インガーホーフ5